259#11

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



AUSGEGEBEN AM 15. SEPTEMBER 1955

DEUTSCHES PATENTAMT _

PATENTS CHRIFT

Mr 933 028
KLASSE 120 GRUPPE 11

F 8725 IV d / 120

Dr. Josef Kaupp, Frankfurt/M.-Höchst und Dr. Friedrich Nolte, Frankfurt/M.-Höchst sind als Erfinder genannt worden

Farbwerke Hoechst Aktiengesellschaft vormals Meister Lucius & Brüning, Frankfurt/M.-Höchst

Verfahren zur Herstellung von am zentralen Kohlenstoffatom substituierten Diarylacetonitrilen

Zusatz zum Patent 894 394

Patentiert im Gebiet der Bundesrepublik Deutschland vom 3. April 1952 an
Das Hauptpatent hat angefangen am 1. Juli 1951

Patentanmeldung bekanntgemacht am 24. März 1955

Patenterteilung bekanntgemacht am 18. August 1955

Nach dem Verfahren des Patents 894 394 können unter anderem substituierte Diarylacetonitrile der allgemeinen Formel

in welcher R und R, Arylgruppen und R, den Rest

eines veresterbaren, nicht basischen Alkohols bedeuten, erhalten werden.

In Weiterentwicklung dieses Verfahrens wurde gefunden, daß solche Ester in besserer Ausbeute auch aus den entsprechenden, ebenfalls nach dem vorstehend genannten. Verfahren des deutschen Patents 894 394 zugänglichen Dinitrilen hergestellt werden können, wenn man diese in Gegenwart eines Alkohols mit Halogenwasserstoff, zweckmäßig mit gasförmigem Chlorwasserstoff, behandelt. Bei der 20

2

5

Aufarbeitung im wäßrigen Medium wird der dem guter Ausbeute erhalten. Die Umser angewandten Alkohol entsprechende Ester in sehr nach dem allgemeinen Formelschema:

guter Ausbeute erhalten. Die Umsetzung erfolgt

$$R_{1} C - CN$$

$$CH_{2} - CH_{2} - CN$$

Verseifung Veresterung CH. — CH. — COOR.

Uberraschenderweise bleibt bei dieser Reaktion 10 die am quaternären C-Atom befindliche C N-Gruppe vollkommen unberührt.

Gegenüber dem in Compt. rend. Acad. sci., Band 213, 1941, Seite 182 bis 184 beschriebenen Verfahren zur Herstellung des 4,4-Diphenyl-4-cyanbutter-säureäthylesters aus Diphenylacetonitril und ω-Brompropionsäureäthylester (Ausbeute 60 bis 65%) in Gegenwart von Natriumäthylat besitzt das vorliegende Verfahren den Vorteil der größeren Wirtschaftlichkeit, da trotz der Notwendigkeit von zwei Reaktionsstufen eine bedeutend höhere Ausbeute (etwa 90%) erzielt wird. Auch ist das Arbeiten mit Natriumäthylat und damit mit metallischem Natrium im technischen Maßstab umständlich und gefährlich.

Beispiel 4, 4-Diphenyl-4-cyanbuttersäuremethylester. 1000 Gewichtsteile a, a-Diphenylglutarsäurenitril werden in 4000 Raumteilen Methanol gelöst und unter Einleiten von Chlorwasserstoffgas 4 Stunden 30 am Rückflußkühler erhitzt. Das Reaktionsgemisch wird mit Wasser verdünnt, ausgeäthert und der Atherextrakt destilliert. Man erhält das obengenannte Produkt in einer Ausbeute von 90 bis 92% der Theorie, Kp. $_{1,2} = 204$ bis 205° ; F. $= 39.6^{\circ}$. Analog diesen Angaben wurden unter Verwen-

dung der entsprechenden Alkohole die folgenden Ester erhalten:

40

50

55

4, 4-Diphenyl-4-cyanbuttersäurebutylester, Kp. 0,9 = 220 bis 222°; F. = 43,8°; Ausbeute = 85 bis

4, 4-Diphenyl-4-cyanbuttersäurebenzylester, $F_{\cdot} = 64.8^{\circ}$; Ausbeute = 80 bis 85%.

PATENTANSPRUCH:

Verfahren zur Herstellung von am zentralen Kohlenstoffatom substituierten Diarylacetonitrilen der allgemeinen Formel

 $CH_2-CH_2-COOR_2$

in welcher R und R, Arylgruppen und R, den Rest eines veresterbaren, nicht basischen Alkohols bedeuten, nach Patent 894 394, dadurch gekennzeichnet, daß man a, a-Diarylglutarsäurenitrile in Gegenwart eines entsprechenden 65 Alkohols bei erhöhter Temperatur, mit vorzugsweise gasförmigem Halogenwasserstoff, zweckmäßig mit Chlorwasserstoffgas, behandelt und das Reaktionsprodukt in wäßrigem Medium in bekannter Weise aufarbeitet.

@ 509 542 9.55

BNSDOCID: <DE 933028C1 I >